



本 国 特 許 庁
PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日

Date of Application:

2000年 4月28日

出 願 番 号

Application Number:

特願2000-131697

出 願 人

Applicant (s):

花王株式会社

2001年 4月13日

Commissioner
Patent Office

及 川 耕 造

【書類名】 特許願

【整理番号】 KAP00-0309

【提出日】 平成12年 4月28日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C09K 3/14

【発明者】

【住所又は居所】 和歌山市湊 1 3 3 4 番地 花王株式会社研究所内

【氏名】 藤井 滋夫

【発明者】

【住所又は居所】 和歌山市湊 1 3 3 4 番地 花王株式会社研究所内

【氏名】 大島 良暁

【特許出願人】

【識別番号】 000000918

【氏名又は名称】 花王株式会社

【代理人】

【識別番号】 100095832

【弁理士】

【氏名又は名称】 細田 芳徳

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 050739

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【書類名】 明細書

【発明の名称】 研磨液組成物

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 下記の化合物群 (A)、化合物群 (B) 及び化合物群 (C) からそれぞれ選ばれる 1 種以上と、研磨材と、水とを含有してなる研磨液組成物：

化合物群 (A)：OH 基又は SH 基を有する炭素数 2～20 のカルボン酸、炭素数 2～3 のジカルボン酸、炭素数 1～20 のモノカルボン酸及びそれらの塩、

化合物群 (B)：炭素数 4 以上の OH 基又は SH 基を有しない多価カルボン酸、アミノポリカルボン酸、アミノ酸及びそれらの塩、

化合物群 (C)：中間アルミナ及びアルミナゾル。

【請求項 2】 化合物群 (C) の中間アルミナ及びアルミナゾルが比表面積 $30 \sim 300 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、平均粒径 $0.01 \sim 5 \mu \text{m}$ である請求項 1 記載の研磨液組成物。

【請求項 3】 中間アルミナが、比表面積 $10 \text{ m}^2 / \text{g}$ 以上かつアルカリ金属及びアルカリ土類金属の含有量が 0.1 重量% 以下の水酸化アルミニウム及び／又はアルミナゾルより製造されたものである請求項 1 又は 2 記載の研磨液組成物。

【請求項 4】 請求項 1～3 いずれか記載の研磨液組成物を用いて被研磨基板を研磨する被研磨基板の研磨方法。

【請求項 5】 請求項 1～3 いずれか記載の研磨液組成物を用いて被研磨基板を研磨する工程を有する基板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

【0002】

【従来の技術】

ハードディスクは、年々小型化、高容量化の一途をたどり、その高密度化が進み、最小記録面積が小さくなり、また磁気ヘッドの浮上量もますます小さくなってきていることから、ハードディスク基板の研磨工程で、研磨速度の向上及び表面粗さの低減及びスクラッチ、ピット等の表面欠陥の低減が求められ、水、アルミナ及びペーマイトとキレート性化合物とを用いた研磨液組成物（特開平11-92749号公報等）や水、 α -アルミナ、及び酢酸で安定化したアルミナゾルを含有した研磨液組成物（特開2000-63805号公報）や研磨方法が検討されている。

【0003】

一方、高容量化においては、研磨工程で発生するロールオフ（基板の端面だれ）を小さくし、より外周部まで記録できる基板を開発するため、研磨パッドを堅くする、研磨加重を小さくすると言った機械的研磨条件が検討されている。

【0004】

しかしながら、このロールオフを小さくするためのそれら機械的研磨条件はある程度は効果があるものの今だ充分とは言えず、またロールオフを低減し得る研磨液の組成の検討もなされていないのが現状である。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、被研磨基板の表面に表面欠陥を生じさせること無く、研磨速度が向上し、表面粗さを低減し、且つロールオフを低減し得る研磨液組成物、該研磨液組成物を用いた被研磨基板の研磨方法、並びに前記研磨液組成物を用いた基板の製造方法を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】

即ち、本発明の要旨は、

〔1〕下記の化合物群（A）、化合物群（B）及び化合物群（C）からそれぞれ

化合物群（A）：炭素数1以上のジカルボン酸、炭素数2以上のモノカルボン酸、炭素数2～3のジカルボン酸、炭素数1～20のモノカルボン酸及びそれらの塩、
化合物群（B）：炭素数4以上のOH基又はS基を有する多価カルボン酸、

アミノポリカルボン酸、アミノ酸及びそれらの塩、
化合物群 (C) : 中間アルミナ及びアルミナゾル、

〔2〕前記〔1〕記載の研磨液組成物を用いて被研磨基板を研磨する被研磨基板の研磨方法、並びに

〔3〕前記〔1〕記載の研磨液組成物を用いて被研磨基板を研磨する工程を有する基板の製造方法に関する。

【0007】

【発明の実施の形態】

本発明の研磨液組成物は、前記のように、化合物群 (A)、化合物群 (B) 及び化合物群 (C) からそれぞれ選ばれる 1 種以上と、研磨材と、水とを含有してなるものである。

【0008】

本発明に用いられる化合物群 (A) は、被研磨基板に生じるロールオフを改善する作用を有する化合物 (以下、ロールオフ低減剤ともいう) である。ロールオフとは、一般に研磨時に端面部分が中央部分に比べて多く削れ、丸みを帯びることをいい、端面だれとも呼ばれる。ロールオフは、例えば、触針式又は光学式形状測定装置を用いて端面部分の形状を測定し、そのプロファイルより端面部分がディスク中央部に比べてどれくらい多く削れているかを数値化することにより評価することができる。

【0009】

数値化の方法は、図 1 に示すように、ディスク中心からある距離離れた A 点と B 点と C 点といった測定曲線 (被研磨基板の端面部分の形状を意味する) 上の 3 点を取り、A 点と C 点を結んだ直線をベースラインとし、B 点とベースラインとの距離 (D) をいうものである。ロールオフが良いとは、D の値がより 0 に近いことを言う。ロールオフ値は、D を研磨前後のディスクの厚さの変化量の $1/2$

【0010】

なお、A 点、B 点及び C 点の位置は、被測定物の大きさにより様々である。

一般にB点は、ディスクの端部と中心を結ぶ線上をディスク端部から0.5mmの位置、C点は2.5mmの位置、A点は4.5mmの位置であることが好ましい。例えば、3.5インチディスクの場合は、A点、B点及びC点をそれぞれディスク中心から43mm、47mm及び45mmの距離にとることが好ましい。

【0011】

本発明に用いられるロールオフ低減剤は、OH基又はSH基を有する炭素数2～20のカルボン酸、炭素数1～20のモノカルボン酸、炭素数2～3のジカルボン酸及びこれらの塩からなる群より選ばれる1種以上の化合物である。

【0012】

OH基又はSH基を有する炭素数2～20のカルボン酸としては、オキシカルボン酸、及び該酸のOH基の酸素原子が硫黄原子に置換した化合物が挙げられる。これらのカルボン酸の炭素数は、水への溶解性の観点から、2～20であり、2～12が好ましく、より好ましくは2～8、さらに好ましくは2～6であることが望ましい。また、ロールオフ低減の観点から、オキシカルボン酸としては、カルボキシル基の α 位に水酸基を持つものが好ましい。

【0013】

モノカルボン酸の炭素数は、水への溶解性の観点から、1～20であり、1～12が好ましく、より好ましくは1～8、さらに好ましくは1～6であることが望ましい。

【0014】

ジカルボン酸は、ロールオフ低減の観点から、炭素数2～3のもの、即ちシュウ酸とマロン酸である。これらのロールオフ低減剤の中では、研磨速度向上の観点から、オキシカルボン酸が好ましい。また、ロールオフ低減の観点からはジカルボン酸が好ましい。

【0015】

ロヒオン酸、リンゴ酸、酒石酸、クエン酸、イソクエン酸、アロクエン酸、グルコン酸、グリオキシル酸、グリセリン酸、アスコルビン酸、マンデル酸、ホスホ

酸、ベンジル酸、サリチル酸等が挙げられる。モノカルボン酸の具体例としては、ギ酸、酢酸、プロピオン酸、酪酸、イソ酪酸、吉草酸、イソ吉草酸、ヘキサン酸、ヘプタン酸、2-メチルヘキサン酸、オクタン酸、2-エチルヘキサン酸、ノナン酸、デカン酸、ラウリン酸等が挙げられる。これらの中で、酢酸、シュウ酸、マロン酸、グリコール酸、乳酸、リンゴ酸、酒石酸、グリオキシル酸、クエン酸及びグルコン酸が好ましく、さらに好ましくは、シュウ酸、マロン酸、グリコール酸、乳酸、リンゴ酸、酒石酸、グリオキシル酸、クエン酸及びグルコン酸である。なお、本発明に用いられるモノカルボン酸及びジカルボン酸は、OH基又はSH基を有しないカルボン酸から選ばれる。

【0016】

また、これらの酸の塩としては、特に限定はなく、具体的には、金属、アンモニウム、アルキルアンモニウム、有機アミン等との塩が挙げられる。金属の具体例としては、周期律表（長周期型）1A、1B、2A、2B、3A、3B、4A、6A、7A又は8族に属する金属が挙げられる。これらの金属の中でも、ローloff低減の観点から1A、3A、3B、7A又は8族に属する金属が好ましく、1A、3A又は3B族に属する金属が更に好ましく、1A族に属するナトリウム、カリウムが最も好ましい。

【0017】

アルキルアンモニウムの具体例としては、テトラメチルアンモニウム、テトラエチルアンモニウム、テトラブチルアンモニウム等が挙げられる。

【0018】

有機アミン等の具体例としては、ジメチルアミン、トリメチルアミン、アルカノールアミン等が挙げられる。

【0019】

これらの塩の中では、アンモニウム塩、ナトリウム塩及びカリウム塩が特に好

これらの化合物群(A)の化合物は、単独で又は2種以上を混合して用いることができる。

【0021】

化合物群 (A) の総含有量は、ロールオフを改善する効果の観点から、また経済的観点から、研磨液組成物中において好ましくは0.01~5 重量%、より好ましくは0.015 ~3 重量%、さらに好ましくは0.03~2 重量%である。

【0022】

本発明に用いられる化合物群 (B) は、研磨速度の向上作用を有する。化合物群 (B) としては、炭素数4以上のOH基又はSH基を有しない多価カルボン酸、アミノポリカルボン酸、アミノ酸及びそれらの塩が挙げられる。

速度向上の観点より、炭素数4以上のOH基又はSH基を有しない多価カルボン酸の中でも、炭素数4~20が好ましく、さらに炭素数4~10が好ましい。また、同様の観点から、アミノポリカルボン酸としては、1分子中のアミノ基の数は、1~6が好ましく、さらに1~4が好ましい。またカルボン酸の数としては、1~12が好ましく、さらに2~8が好ましい。また、炭素数としては1~30が好ましく、さらに1~20が好ましい。同様の観点から、アミノ酸の炭素数としては2~20が好ましく、さらに2~10が好ましい。

【0023】

具体的にはコハク酸、マレイン酸、フマル酸、グルタル酸、シトラコン酸、イタコン酸、トリカルバル酸、アジピン酸、プロパン-1, 1, 2, 3-テトラカルボン酸、ブタン-1, 2, 3, 4-テトラカルボン酸、ジグリコール酸、ニトロトリ酢酸、エチレンジアミンテトラ酢酸 (EDTA)、ジエチレントリアミンペンタ酢酸 (DTPA)、ヒドロキシエチルエチレンジアミンテトラ酢酸 (HEDTA)、トリエチレントトラミンヘキサ酢酸 (TTHA)、ジカルボキシメチルグルタミン酸 (GLDA)、グリシン、アラニン等が挙げられる。

これらの中でもコハク酸、マレイン酸、フマル酸、グルタル酸、シトラコン酸、イタコン酸、トリカルバル酸、アジピン酸、ジグリコール酸、ニトロトリ酢酸

、コハク酸、マレイン酸、フマル酸、グルタル酸、シトラコン酸、イタコン酸、トリカルバル酸、アジピン酸、ジグリコール酸、エチレンジアミンテトラ酢酸、ジエチレントリアミンペンタ酢酸がより好ましい。

【 0 0 2 4 】

また、これらの酸の塩としては、特に限定はなく、具体的には、金属、アンモニウム、アルキルアンモニウム、有機アミン等との塩が挙げられる。金属の具体例としては、周期律表（長周期型）1 A、1 B、2 A、2 B、3 A、3 B、4 A、6 A、7 A 又は 8 族に属する金属が挙げられる。これらの金属の中でも研磨速度向上の観点から 1 A、3 A、3 B、7 A 又は 8 族に属する金属が好ましく、1 A、3 A、3 B 又は 8 族に属する金属が更に好ましく、1 A 族に属するナトリウム、カリウム、3 A 族に属するセリウム、3 B 族に属するアルミニウム、8 族に属する鉄が最も好ましい。

【 0 0 2 5 】

アルキルアンモニウムの具体例としては、テトラメチルアンモニウム、テトラエチルアンモニウム、テトラブチルアンモニウム等が挙げられる。

【 0 0 2 6 】

有機アミン等の具体例としては、ジメチルアミン、トリメチルアミン、アルカノールアミン等が挙げられる。

これらの中でも塩としては、アンモニウム塩、ナトリウム塩、カリウム塩及びアルミニウム塩が特に好ましい。

【 0 0 2 7 】

これらの化合物群（B）の化合物は、単独で又は 2 種以上を混合して用いることができる。

【 0 0 2 8 】

化合物群（B）の総含有量は、研磨促進効果の観点、経済的観点及び表面品質向上の観点から、研磨液組成物中において好ましくは 0.01～10 重量％、より好ましくは 0.02～7 重量％、さらに好ましくは 0.03～5 重量％である。

【 0 0 2 9 】

（C）として、六価クロム酸、七価クロム酸、八価クロム酸、九価クロム酸、リンゴ酸、グリオキシル酸、酒石酸、クエン酸、グルコン酸及びこれらの塩の 1 種以上（化合物（A））として、水素酸、マリン酸、リン酸、硝酸、硫酸、

シトラコン酸、イタコン酸、アジピン酸、トリカルバル酸、ジグリコール酸、ニトリロトリ酢酸、エチレンジアミンテトラ酢酸、ジエチレントリアミンペンタ酢酸及びこれらの塩の1種以上〔化合物(B)〕の組み合わせがより好ましく、シュウ酸、マロン酸、グリコール酸、乳酸、リンゴ酸、グリオキシル酸、酒石酸、クエン酸、グルコン酸及びこれらの塩の1種以上〔化合物(A)〕とコハク酸、マレイン酸、フマル酸、シトラコン酸、イタコン酸、トリカルバル酸、ジグリコール酸、エチレンジアミンテトラ酢酸、ジエチレントリアミンペンタ酢酸及びこれらの塩の1種以上〔化合物(B)〕の組み合わせがさらに好ましい。さらに、グリコール酸、シュウ酸、酒石酸、クエン酸、マロン酸及びこれらの塩の1種以上〔化合物(A)〕とコハク酸、マレイン酸、イタコン酸、フマル酸、エチレンジアミンテトラ酢酸、ジエチレントリアミンペンタ酢酸及びこれらの塩の1種以上〔化合物(B)〕の組み合わせが特に好ましい。

【0030】

本発明に用いられる化合物群(C)において、中間アルミナとは、 α -アルミナ粒子以外のアルミナ粒子の総称であり、具体的には、 γ -アルミナ粒子、 δ -アルミナ粒子、 θ -アルミナ粒子、 η -アルミナ粒子、 κ -アルミナ粒子、これらの混合物等が挙げられる。その中でも、研磨速度向上及び表面粗さ低減効果の観点から、以下の中間アルミナが好ましい。その結晶型は、好ましくは γ -アルミナ、 δ -アルミナ、 θ -アルミナ及びその混合物、さらに好ましくは、 γ -アルミナ、 δ -アルミナ、及びその混合物、特に好ましくは、 γ -アルミナである。また、その比表面積(BET法)は、好ましくは $30 \sim 300 \text{ m}^2/\text{g}$ 、より好ましくは $50 \sim 200 \text{ m}^2/\text{g}$ である。その平均粒径は、好ましくは $0.01 \sim 5 \mu\text{m}$ 、より好ましくは $0.05 \sim 5 \mu\text{m}$ 、さらに好ましくは $0.1 \sim 3 \mu\text{m}$ 、特に好ましくは $0.1 \sim 1.5 \mu\text{m}$ である。この平均粒径は、レーザー光回折法(例えば、堀場製LA-920)を用いて体積平均粒径として測定することができる。また、

4. 前記中間アルミナは、前記化合物群(C)中の重量比が、好ましくは、 $0.1 \sim 1$ 重量%以下が特に好ましい。

【0041】

例えば、比表面積が比較的大きく、アルカリ金属及びアルカリ土類金属含有量の少ない水酸化アルミニウム、アルミナゾル等を原料とした場合、製造された中間アルミナの融着が少なく粒子強度も小さいため、被研磨基板の表面欠陥が無く、表面粗さ低減に特に有効である。

【0032】

そのための原料としては、化学式 $Al(OH)_3$ 、 $Al_2O_3 \cdot 3H_2O$ 、 $AlOOH$ 、 $Al_2O_3 \cdot H_2O$ 、 $Al_2O_3 \cdot nH_2O$ [n は1~3を示す] で表わされる、例えば、水酸化アルミニウム、アルミナゾル等が使用できるが、その原料の比表面積が好ましくは $10 m^2/g$ 以上、より好ましくは $30 m^2/g$ 以上、特に好ましくは $50 m^2/g$ 以上のものである。また、アルカリ金属及びアルカリ土類金属の含有量が好ましくは0.1重量%以下、より好ましくは0.05重量%以下、特に好ましくは0.03重量%以下のものである。さらにまた、水酸化アルミニウムを加熱脱水して中間アルミナを製造する場合に、焼成時に強制的に乾燥空気あるいは窒素ガスを導入させることは、さらに被研磨基板の表面欠陥、表面粗さの低減に有効である。尚、前記加熱脱水処理は、常法により行うことができる。

【0033】

これらの中間アルミナは、必要に応じて、ボールミル、ビーズミル、高圧ホモジナイザー、ジェットミル等の粉碎機により、湿式あるいは乾式粉碎し、所定の粒径に調整する。

【0034】

また、アルミナゾルとは、化学式では $AlOOH$ 、 $AlOOH \cdot nH_2O$ [n は1~3を示す]、 $Al_2O_3 \cdot H_2O$ 等で表わされ、結晶構造としてはペーサイト、擬ペーサイト及びアモルファスが挙げられる。水酸化アルミニウム、例えばジブサイトを、250℃程度で水熱処理すると、アルミニウムアルコラート

となり、平均粒径は、0.1~1.5 μm であり、特に好ましくは0.1~1.5 μm である。この平均粒径は、レーザー光回折法を用いて体積平均粒径として測定することができる。平均比表面積は、0.1~10 m^2/g であり、特に好ましくは0.1~1.5 m^2/g である。

、好ましくは $30 \sim 300 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、より好ましくは $50 \sim 200 \text{ m}^2 / \text{g}$ である。

【0035】

この化合物群 (C) の中間アルミナ及びアルミナゾルは、化合物群 (A) と化合物群 (B) の化合物と併用することによって研磨速度の向上やピット等の表面欠陥の防止を更に促進することができる。この場合、化合物群 (C) の中間アルミナとアルミナゾルはそれぞれ単独でも、又は混合物として用いてもよい。特に、中間アルミナは、研磨速度の向上、表面欠陥の防止等の効果の大きさ、さらに表面粗さ低減効果の観点から、より好ましい。

【0036】

研磨液組成物中における化合物群 (C) の総含有量は、経済性及び研磨促進効果、表面粗さを低減する効果、また、ピット等の表面欠陥を防止能力を得る観点から、研磨材 100 重量部に対して 1 ～ 100 重量部であり、好ましくは 2 ～ 70 重量部、更に好ましくは 4 ～ 40 重量部である。

【0037】

本発明で用いられる研磨材は、研磨用に一般に使用されている研磨材を使用することができる。該研磨材の例としては、金属；金属又は半金属の炭化物、窒化物、酸化物、ホウ化物；ダイヤモンド等が挙げられる。金属又は半金属元素は、周期律表（長周期型）の 2 A、2 B、3 A、3 B、4 A、4 B、5 A、6 A、7 A 又は 8 族由来のものである。研磨材の具体例として、 α -アルミナ粒子、炭化ケイ素粒子、ダイヤモンド粒子、酸化マグネシウム粒子、酸化亜鉛粒子、酸化セリウム粒子、酸化ジルコニウム粒子、コロイダルシリカ粒子、ヒュームドシリカ粒子等が挙げられ、これらを 1 種以上使用することは、研磨速度を向上させる観点から好ましい。中でも、 α -アルミナ粒子、酸化セリウム粒子、酸化ジルコニウム粒子、コロイダルシリカ粒子、ヒュームドシリカ粒子等がさらに好ましく、

研磨材の一次粒子の平均粒径は、研磨速度を向上させる観点から、好ましくは $0.01 \sim 3 \mu\text{m}$ 、さらに好ましくは $0.1 \sim 1.5 \mu\text{m}$ 、特に好ましくは $0.2 \sim 0.8 \mu\text{m}$ である。

である。さらに、一次粒子が凝集して二次粒子を形成している場合は、同様に研磨速度を向上させる観点及び被研磨物の表面粗さを低減させる観点から、その二次粒子の平均粒径は、好ましくは $0.05 \sim 3 \mu\text{m}$ 、さらに好ましくは $0.1 \sim 1.5 \mu\text{m}$ 、特に好ましくは $0.2 \sim 1.2 \mu\text{m}$ である。研磨材の一次粒子の平均粒径は、走査型電子顕微鏡で観察（好適には3000～30000倍）して画像解析を行い、平均粒径を測定することにより求めることができる。また、二次粒子の平均粒径はレーザー光回折法を用いて体積平均粒径として測定することができる。

【0039】

研磨材の比重は、分散性及び研磨装置への供給性や回収再利用性の観点から、その比重は2～6であることが好ましく、2～5であることがより好ましい。

【0040】

研磨材の含有量は、経済性及び表面粗さを小さくし、効率よく研磨することができるようにする観点から、研磨液組成物中において好ましくは1～40重量%、より好ましくは2～30重量%、さらに好ましくは3～15重量%である。

【0041】

本発明の研磨液組成物中の水は、媒体として用いられるものであり、その含有量は、被研磨物を効率よく研磨することができるようにする観点から、40～98重量%が好ましく、50～97重量%が更に好ましく、60～95重量%が特に好ましい。

【0042】

また、本発明の研磨液組成物には、必要に応じて他の成分を配合することができる。

【0043】

他の成分としては、無機酸及びその塩、酸化剤、増粘剤、分散剤、防錆剤、塩基性物質、界面活性剤等が挙げられる。

また、本発明の研磨液組成物には、必要に応じて一種以上の有機溶剤を配合することも良い。また、その含有量は、研磨速度を向上させる観点、それぞれの機能を発現させる観点、及び経済性の観点から、好ましくは研磨液組成物中の全成分の1～30重量%である。

—

が挙げられる。これらの中では、アルミニウム、ニッケル、タングステン、銅等の金属及びこれらの金属を主成分とする合金が被研磨物であるか、又はそれらの金属を含んだ半導体素子等の半導体基板が被研磨物であることが好ましい。特にNi-Pメッキされたアルミニウム合金からなる基板を研磨する際に、本発明の研磨液組成物を用いた場合、ロールオフが小さく、研磨速度を向上させ、表面欠陥を生じさせることなく、表面粗さを低減させることができるので好ましい。

【0049】

これらの被研磨物の形状には、特に制限は無く、例えばディスク状、プレート状、スラブ状、プリズム状等の平面部を有する形状や、レンズ等の曲面部を有する形状が本発明の研磨液組成物を用いた研磨の対象となる。その中でも、ディスク状の被研磨物の研磨に特に優れている。

【0050】

本発明の研磨液組成物は、精密部品用基板の研磨に好適に用いられる。例えば、磁気ディスク、光ディスク、光磁気ディスク等の磁気記録媒体の基板、フォトマスク基板、光学レンズ、光学ミラー、光学プリズム、半導体基板等の研磨に適している。半導体基板の研磨は、シリコンウェハ（ベアウェハ）のポリッシング工程、埋め込み素子分離膜の形成工程、層間絶縁膜の平坦化工程、埋め込み金属配線の形成工程、埋め込みキャパシタ形成工程等において行われる研磨がある。本発明の研磨液組成物は、特に磁気ディスク基板の研磨に適している。

【0051】

また、本発明の研磨液組成物を用いる被研磨基板の製造方法としては、例えば、不織布状の有機高分子系の研磨布等を貼り付けた研磨盤で上記被研磨基板を挟み込み、本発明の研磨液組成物を研磨面に供給し、一定の圧力を加えながら研磨盤や基板を動かすことにより被研磨基板を製造する方法が挙げられる。

【0052】

... 研磨液組成物を用いる被研磨基板の製造方法として、例えば、上記被研磨基板の研磨液組成物を供給し、上記被研磨基板の表面粗さを低減した高品質の基板を生産効率良く製造することができる。

【0053】

本発明の研磨液組成物は、ポリッシング工程において特に効果があるが、これ以外の研磨工程、例えば、ラッピング工程等にも同様に適用することができる。

【0054】

【実施例】

<中間アルミナ製造例1>

平均粒径 $15\mu\text{m}$ 、比表面積 $240\text{m}^2/\text{g}$ 、アルカリ金属含量 0.002 重量%、アルカリ土類金属含量 0.01 重量%の擬ベーマイト粒子 100g をアルミナ容器（縦 $200\times$ 横 $100\times$ 高さ 100mm ）に入れ、マッフル炉で昇温速度 $50^\circ\text{C}/\text{min}$ 、焼成温度 900°C 、4時間、窒素流量 $5\text{L}/\text{min}$ にて焼成して、中間アルミナを得た。これを 2L アルミナ製ボールミルに移し、イオン交換水を加え 30% スラリーとした後、 $3\text{mm}\phi$ のアルミナボールを入れ、解砕して、中間アルミナ粒子を調製した。調製した中間アルミナ粒子は、X線回折ピークの解析により γ -アルミナであり、その平均粒径は $0.3\mu\text{m}$ 、比表面積は $120\text{m}^2/\text{g}$ 、アルカリ金属含量は 0.003 重量%、アルカリ土類金属含量は 0.01 重量%であった。

【0055】

実施例1～7及び比較例1～5

研磨材（一次粒子の平均粒径 $0.25\mu\text{m}$ 、二次粒子の平均粒径 $0.65\mu\text{m}$ の α -アルミナ（純度約 99.9% ））、化合物群（A）、化合物群（B）、化合物群（C）

〔前記製造例1で得られた中間アルミナ（ γ -アルミナ）又はアルミナゾル（ベーマイト）〕及び残部イオン交換水とを表1に示す組成となるようにし、pHを硝酸あるいはアンモニア水で 4.0 又は 7.0 に調整し、混合・攪拌して研磨液組成物 100 重量部を調製した。

【0056】

【表 1】

	α -アミノ (重量部)	化合物群 (A)		化合物群 (B)		化合物群 (C)	添加量 (重量部)	pH
		化合物	添加量 (重量部)	化合物	添加量 (重量部)			
実施例 1	7	グリコール酸	0.15	エチレンジアミンテトラ酢酸 アルミニウム塩	0.8	中間アルミナ	1	4
実施例 2	7	グリコール酸	0.15	アリン酸	0.5	中間アルミナ	1	7
実施例 3	7	シュウ酸	0.15	イタコン酸	0.5	中間アルミナ	1	7
実施例 4	7	酒石酸	0.15	マラ酸	0.5	中間アルミナ	1	7
実施例 5	7	クエン酸	0.15	コナ酸	0.5	中間アルミナ	1	7
実施例 6	7	グリコール酸	0.15	エチレンジアミンテトラ酢酸 27%水溶液	0.8	アルミナ ¹⁾	1.5	4
実施例 7	7	グリコール酸	0.15	グリシン	0.5	中間アルミナ	1	7
比較例 1	7	無し	—	無し	—	無し	—	4
比較例 2	7	無し	—	エチレンジアミンテトラ酢酸 アルミニウム塩	0.8	中間アルミナ	1	4
比較例 3	7	グリコール酸	0.15	エチレンジアミンテトラ酢酸 アルミニウム塩	0.8	無し	—	4
比較例 4	7	グリコール酸	0.15	無し	—	中間アルミナ	1	7
比較例 5	7	無し	—	エチレンジアミンテトラ酢酸 27%水溶液	0.8	アルミナ ¹⁾	1.5	4

産化学 (株) 製 アルミナゾル-200

【0057】

図 1 は、本発明の波長分布を示す。図 1 は、本発明の波長分布を示す。

が $0.2\ \mu\text{m}$ 、厚さ $0.8\ \text{mm}$ 、直径 $3.5\ \text{インチ}$ のNi-Pメッキされたアルミニウム合金基板の表面を両面加工機により、以下の両面加工機の設定条件でポリッシングし、磁気記録媒体用基板として用いられるNi-Pメッキされたアルミニウム合金基板の研磨物を得た。

【0058】

両面加工機の設定条件を下記に示す。

使用両面加工機：スピードファム社製 9B型両面加工機

加工圧力： $9.8\ \text{kPa}$

研磨パッド：ポリテックスDG-H（ロデールニッタ社製）

定盤回転数： 55r/min

研磨液組成物供給流量： 100mL/min

研磨時間： $4\ \text{min}$

投入枚数： $10\ \text{枚}$

【0059】

研磨後、アルミニウム合金基板の厚さを膜厚計（ミットヨ（株）製、レーザー膜厚計 Model LGH-110/LHC-11N）を用いて測定し、研磨前後のアルミニウム合金基板の厚さの変化から厚さの減少速度を求め、比較例1を基準として相対値（相対速度）を求めた。

【0060】

また、研磨後の各基板の表面の表面粗さ（中心線平均粗さ R_a ）、ピット及びロールオフを以下の方法に従って測定した。なお、中心線粗さ R_a は比較例1を基準として相対値（相対粗さ）を求めた。また、ロールオフは、比較例2を基準として相対値（相対ロールオフ）を求めた。その結果を表2に示す。

【0061】

〔表面粗さ（中心線平均粗さ R_a ）〕

触針先端サイズ ： $25\ \mu\text{m} \times 25\ \mu\text{m}$

測定速度 ： $5\ \text{mm/min}$

測定長さ : 0.64mm

【0062】

[表面欠陥（ピット）]

光学顕微鏡観察（微分干渉顕微鏡）を用いて倍率×200 倍で各基板の表面を30度おきに12ヵ所観察し、12視野あたりのピットの数进行数えた。その結果を表1に示す。なお、表中の評価基準を以下に示す。

S : 0 個

A : 1 ~ 3 個

B : 4 ~ 1 0 個

C : 1 0 個以上

【0063】

[ロールオフ]

測定装置：ミットヨ フォームトレーサーSV-C624

触針先端半径：2 μm（コードNo. 178-381）

触針圧：0.7 mN以下

速度：0.2 mm/s

解析ソフト：SV-600微細輪郭解析システム version1.01

フィルター：LPF（Gaussian）0.800mm

【0064】

上記の装置を用いて、ディスク中心から42.5mmから47.5mmまでのディスク端部の形状を測定し、A、B及びC点の位置をディスク中心からそれぞれ43mm、47mm及び45mmにとり、解析ソフトを用いて前記測定方法により、Dを求めた。この求められたDを研磨前後のディスクの厚さの変化量の1/2で除した値をロールオフ値とした。

【0065】

【表 2】

	特性評価			
	研磨速度 (-)	表面粗さ (-)	表面欠陥 (ピット)	ロールオフ (-)
実施例 1	2. 3	0. 7 0	S	0. 2 6
実施例 2	2. 5	0. 7 5	S	0. 2 8
実施例 3	2. 3	0. 6 7	S	0. 3 0
実施例 4	2. 4	0. 7 1	S	0. 3 1
実施例 5	2. 3	0. 6 8	S	0. 3 1
実施例 6	1. 8	0. 9 5	A	0. 3 1
実施例 7	2. 0	0. 8 3	S	0. 4 2
比較例 1	1. 0	1. 0	C	計測不能*
比較例 2	2. 2	0. 7 6	S	1. 0
比較例 3	1. 8	1. 8 0	B	0. 2 9
比較例 4	1. 4	0. 6 5	S	0. 2 8
比較例 5	1. 7	0. 9 2	A	1. 0 5

* : スキージャンプ発生により測定できなかった。

【0 0 6 6】

表 2 の結果より、実施例 1 ～ 7 で得られた研磨液組成物は、いずれも比較例 1 ～ 5 で得られた研磨液組成物に比べ、研磨速度向上効果、ピット等の表面欠陥の低減効果、表面粗さの低減効果及びロールオフの低減効果の全てを同時に満たす優れたものであることがわかる。

【0 0 6 7】

【発明の効果】

本発明の研磨液組成物を用いることで、被研磨基板の表面に表面欠陥を生じさ

ずることができ、研磨速度向上効果、表面欠陥の低減効果、表面粗さの低減効果及びロールオフの低減効果の全てを同時に満たす優れたものであることがわかる。

【図面の簡単な説明】

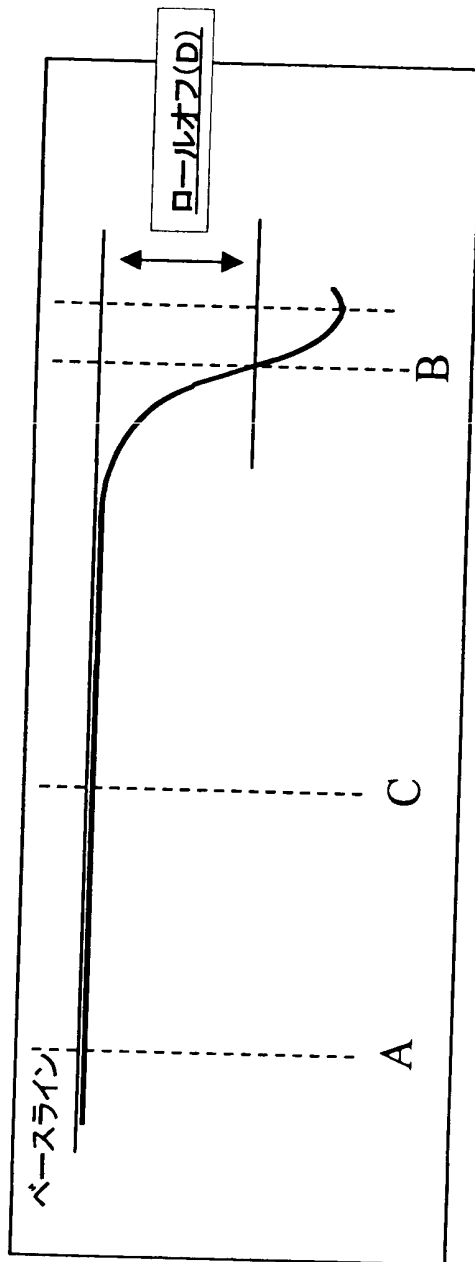
【図 1】

図 1 は、測定曲線とロールオフとの関係を示す図である。

【書類名】

図面

【図 1】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】

被研磨基板の表面に表面欠陥を生じさせることなく、研磨速度が向上し、表面粗さを低減し、且つロールオフを低減し得る研磨液組成物、該研磨液組成物を用いた被研磨基板の研磨方法、並びに前記研磨液組成物を用いた基板の製造方法を提供すること。

【解決手段】

化合物群（A）〔OH基又はSH基を有する炭素数2～20のカルボン酸、炭素数2～3のジカルボン酸、炭素数1～20のモノカルボン酸及びそれらの塩〕、化合物群（B）〔炭素数4以上のOH基又はSH基を有しない多価カルボン酸、アミノポリカルボン酸、アミノ酸及びそれらの塩〕、及び化合物群（C）〔中間アルミナ及びアルミナゾル〕からそれぞれ選ばれる1種以上と、研磨材と、水とを含有してなる研磨液組成物、該研磨液組成物を用いて被研磨基板を研磨する被研磨基板の研磨方法、並びに前記研磨液組成物を用いて被研磨基板を研磨する工程を有する基板の製造方法。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000000918]

1. 変更年月日 1990年 8月24日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

氏 名 花王株式会社